### PATENT APPLICATION

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the Application of

MAR 18 2002

Shinji MAKIKAWA

TC 2800 , TAIL ROOM

Group Art Unit: 2874

Application No.: 10/077,935

Filed: February 20, 2002

Docket No.:

112004

For:

A METHOD FOR PRODUCING AN OPTICAL WAVEGUIDE SUBSTRATE

AND AN OPTICAL WAVEGUIDE SUBSTRATE

#### **CLAIM FOR PRIORITY**

Director of the U.S. Patent and Trademark Office Washington, D.C. 20231

will be filed at a later date.

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified patent application and the priority provided in 35 U.S.C. §119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2001-050996 filed February 26, 2001. In support of this claim, a certified copy of said original foreign application: X is filed herewith. was filed on \_\_\_\_\_ in Parent Application No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. §119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

William P. Berridge Registration No. 30,024

Thomas J. Pardini Registration No. 30,411

WPB:TJP/zmc

Date: March 15, 2002

OLIFF & BERRIDGE, PLC P.O. Box 19928 Alexandria, Virginia 22320 Telephone: (703) 836-6400

DEPOSIT ACCOUNT USE **AUTHORIZATION** Please grant any extension necessary for entry; Charge any fee due to our Deposit Account No. 15-0461



# 本国特許庁RECEIVED

JAPAN PATENT OFFICE

MAR 18 2022

TC 2800 HAIL ROOM

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年 2月26日

出願番号 Application Number:

特願2001-050996

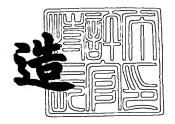
出 顏 人 Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2001年 8月24日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office





#### 特2001-050996

【書類名】 特許願

【整理番号】 20000654

【提出日】 平成13年 2月26日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 6/13

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式

会社 精密材料研究所内

【氏名】 牧川 新二

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100102532

【弁理士】

【氏名又は名称】 好宮 幹夫

【電話番号】 03-3844-4501

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 043247

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9506287

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光導波路基板の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくともシリコン基板を酸化して膜厚が5μm以上の光導波路となる石英膜を基板表面に形成させる工程を有する光導波路基板を製造する方法において、前記酸化膜の形成は、一旦前記シリコン基板に0.3μm以上の酸化膜を形成させ、次に1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気にてシリコン基板を酸化させることにより残りの酸化膜を形成することを特徴とする光導波路基板の製造方法。

【請求項2】 前記シリコン基板に一旦0.3 μ m以上の酸化膜を形成させるのは、1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気で熱酸化して行うことを特徴とする請求項1に記載した光導波路基板の製造方法。

【請求項3】 請求項1または請求項2における酸化性雰囲気は、水蒸気を含む雰囲気であることを特徴とする光導波路基板の製造方法。

【請求項4】 前記シリコン基板に一旦0.3 μ m以上の酸化膜を形成させる 工程と次に残りの酸化膜を形成する工程との間で基板を洗浄することを特徴とす る請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載した光導波路基板の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコン基板を比較的厚く酸化し、表面に光導波路となる石英膜を 形成して、欠陥やパーティクルの少ない高品質な光導波路基板を製造する方法に 関するものである。

[0002]

#### 【従来の技術】

光通信用の光導波路型デバイスに利用する基板として、石英基板およびシリコン基板がある。そのうちシリコン基板は、半導体集積回路用に用いられており、 その特徴は、熱伝導率が良いこと、表面加工性がエッチング、酸化、堆積等多様な加工方法に適していること、そして大口径化が進んでおり、比較的安価に入手 できること等の利点がある。そこで近年、このような利点を生かして光導波路用 基板としてシリコン基板を使用するようになってきた。

[0003]

従来の導波路デバイスの作製方法として、図2に示すように、(a) スラブ型 導波路1も、(b) チャンネル型導波路2も、共に基板3の表面上にアンダーク ラッド膜5と称する石英ガラス膜を厚さ約5~30μmに形成した後、コア層 ( 石英ガラス) 6、アッパークラッド膜(石英ガラス) 7を積層して光導波路を形成している。

[0004]

これら石英ガラスから成る酸化膜の形成方法は、図4に示すような火炎堆積装置21を用いて、酸水素バーナ22から出る酸水素炎に四塩化けい素等のシリコン化合物を導入して燃焼させ、基板25の表面にシリコン酸化物(SiO<sub>2</sub>)を堆積させる火炎堆積法(FHD法)がある。この場合、基板25をターンテーブル24の上にセットして所定量の酸化物が堆積する毎に基板25を回転移動させるタクト方式が用いられている。そして燃焼排ガスや堆積しなかったガラス微粉は排気管23を通して系外に排出している。

[0005]

またこの火炎堆積法以外に、例えば図3に示すような熱酸化装置10を使ってシリコン基板15そのものを酸化して基板表面に石英ガラス膜を形成する熱酸化法がある。

熱酸化法は、シリコン基板の表裏両面に酸化膜が形成できるので、火炎堆積法等の堆積法と異なり、膜形成後に基板が反らないという利点があり、後工程で行なう露光工程でパターンの位置ずれが生じないという特徴がある。

[0006]

しかしこの熱酸化法は、スチーム酸化法等の酸化性雰囲気に基板を曝すことで酸化させるが、酸化速度の比較的早いスチーム酸化法でも5μm以上の酸化膜を形成するのに、1100℃の高温でも5000分以上の時間がかかってしまう。従って光導波路に用いられる厚さ5~30μmのアンダークラッド石英膜を形成するには、1100℃以上で2000~125000分もの長時間、水蒸気雰囲

気に曝す必要があり、生産性が極めて低い欠点がある。

[0007]

しかも、光導波路用に長時間かけて酸化した石英膜の表面に高輝度ハロゲンランプで10万Luxの光を照射して表面を観察すると、0.3μm以上のパーティクルがウエーハ全面に認められることがしばしばあった。この原因について、鋭意研究の結果、これはシリコン基板の表面にあるシリコン原子が高温の加熱によって表面から乖離し、水蒸気雰囲気の気体中で酸化されて酸化けい素となって雰囲気中に浮遊したものが、シリコン基板上に再付着してしまうものであることが判った。この欠陥があると、光散乱点となって光損失を誘発する結果、光導波路基板の性能が低下してしまうことになる。

[0008]

一方、半導体集積回路に必要とされる酸化膜は、0.2~3μmと光導波路用のガラス膜よりも非常に薄いのが特徴であり、その酸化膜は、例えば1000℃で10~1000分という比較的短い時間水蒸気雰囲気等に曝すことで形成されるため、その表面にパーティクル等の欠陥は殆ど認められない状態に仕上っている。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、かかる問題点を解決するためになされたもので、シリコン基板の表面を比較的厚く酸化して基板表面に光導波路となる石英膜を形成させる際に、シリコン原子が乖離酸化して生成するパーティクルが石英膜上に極めて少ない高品質な光導波路基板を製造する方法を提供するものである。

[0010]

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために、本発明の光導波路基板の製造方法は、少なくともシリコン基板を酸化して膜厚が 5 μ m以上の光導波路となる石英膜を基板表面に形成させる工程を有する光導波路基板を製造する方法において、前記酸化膜の形成は、一旦前記シリコン基板に 0.3 μ m以上の酸化膜を形成させ、次に 1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気にてシリコン基板を酸化させることにより残り

の酸化膜を形成することを特徴としている (請求項1)。

[0011]

このようにアンダークラッド膜となる酸化膜を形成させる酸化膜形成工程を 2 段階に分けて行い光導波路基板を製造すれば、パーティクルの発生を抑制できる とともに、基板へ再付着するのを防止でき、極めて高品質の光導波路基板を製造 することができる。

[0012]

この場合、シリコン基板に一旦 0.3 μ m以上の酸化膜を形成させるのは、1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気で熱酸化して行うことが好ましい(請求項2)。

このようにすれば、密度の高い緻密な酸化膜を形成させることができるので、 その後の酸化工程において、パーティクルが発生することはなく、確実にパーティクルの少ない光導波路基板を製造することができる。

[0013]

ここで酸化性雰囲気は、水蒸気を含む雰囲気であることが好ましい(請求項3)。

このように水蒸気を含む酸化性雰囲気でシリコン基板を酸化すれば、酸化速度が比較的早いので酸化工程の時間短縮を図ることが出来る。

[0014]

この場合、シリコン基板に一旦 0.3 μ m以上の酸化膜を形成させる工程と次に残りの酸化膜を形成する工程との間で基板を洗浄することが望ましい(請求項4)。

このようにすれば、より一層確実にパーティクルの付着のない基板を作製する ことができる。

[0015]

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明者等は、光導波路基板の製造工程、特にシリコン基板の表面を熱酸化して表裏両面に比較的厚い5~10μmの石英膜を形成させる工程において発生するパーティクルの生成原因を究明し、その発生防止策を鋭意探究した結果、シリ

コン基板に一旦薄い酸化膜を形成させてから、残りの酸化膜を形成させればよい ことを想到し、諸条件を精査して本発明を完成させた。

[0016]

パーティクルの発生原因は、シリコン基板の表面にあるシリコン原子が、例えば1100℃以上の高温加熱によって表面から乖離し、水蒸気雰囲気の気体中で、酸化されて酸化けい素となって雰囲気中に浮遊したものが、シリコン基板上に再付着してしまうからである。この欠陥があると、光散乱点となって光損失を誘発する結果、光導波路基板の性能が低下してしまう。

[0017]

シリコン基板の融点は1420℃であるが、5μm以上の酸化膜を形成するのに、1000℃以上の高温雰囲気にシリコン表面が曝されると、シリコンの蒸気圧によって基板表面からシリコン原子が剥離し浮遊する。その浮遊したシリコン原子と、酸化性雰囲気に含まれる酸素ガスが反応して酸化けい素として0.3μm以上の大きさでシリコン基板の表面に再付着し、パーティクルとして生成することが解った。

[0018]

そこでこのパーティクルの発生防止手段として、シリコンよりも耐熱性がある石英膜の膜厚が 0. 3 μ m以上となるように、予めシリコン基板表面に形成しておけば、シリコン原子が 1 0 0 0 ℃以上で表面から剥離しにくくなるので、その後の酸化工程でパーティクルを生成する可能性は殆どなくなる。また石英膜はガラスであるため、酸化性雰囲気に曝されてもこれ以上酸化されることは無い。その後、1 0 0 0 ℃以上に加熱した酸化性雰囲気下で残りの厚い酸化膜を形成すれば、所定の厚さの酸化膜を得ることができる。この後段階の酸化工程でパーティクルを発生することはないので、パーティクル付着のない基板を得ることができる。

[0019]

なお初段階の薄い石英膜は、その厚みが 0.3 μ m よりも薄いと、石英膜を通してシリコン原子が拡散し、石英膜表面にてシリコン原子が酸化性ガスと反応して剥離浮遊してしまう。従って石英膜は 0.3 μ m 以上有ることが望ましい。

[0020]

また初段階の0.3μm以上の石英膜を形成するときの温度は、1000℃以上であることが好ましい。それはシリコン基板を酸化して形成されるガラス膜は、一般に酸化温度の上昇に伴いガラスの緻密性が増えてくるからである。1000℃より低い場合は、ガラス膜の緻密性が低いため、ガラス膜を通してシリコン原子が基板表面に拡散することがあるためである。

[0021]

シリコン基板の熱酸化法としては、ドライ酸素酸化、ウエット酸素(含水蒸気)酸化、水蒸気(100%)酸化、水蒸気(窒素希釈)酸化、水素燃焼酸化(パイロジェニック酸化)、酸素分圧酸化、塩酸酸化等が挙げられるが、中でもウエット酸素(含水蒸気)酸化あるいは水蒸気(100%)酸化等の酸化性雰囲気として水蒸気を含む雰囲気を用いる方法は酸化速度が比較的早く、本発明の熱酸化法として好適である。

[0022]

なお0.3μm以上の酸化膜を形成した後は、一度温度を下げて酸化されたシリコン基板表面の清浄度を上げるため、純水もしくはSC-1(過酸化水素-アンモニア-水)洗浄、またはHF洗浄を行なってもよい。基板を洗浄した後に後段階の5μm以上の酸化膜を形成することにより、確実にパーティクルの付着のない基板を得ることができる。

[0023]

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について、図面に基づいて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明の光導波路基板の製造方法により製造された石英系光導波路型デバイスの例を図1の(a)、(b)に示す。

[0024]

これらスラブ型1あるいはチャンネル型2は、いずれもシリコン基板4とその表裏面にアンダークラッド膜(熱酸化膜)5、5が形成され、該熱酸化膜5は、初段階の熱酸化による薄い酸化膜と後段階の熱酸化による厚い酸化膜から構成さ

れている。そしてアンダークラッド膜5の上にコア層6とその上にアッパークラッド膜7が形成され光導波路型デバイスを形成している。コア層6は、光伝搬作用を有するもので、スラブ型1では膜状であり、チャンネル型2ではコア膜の内不要な部分を除去して角棒状に形成している。

[0025]

かかる光導波路型デバイスを構成する石英系酸化膜の内、本発明の製造方法が 適用されるのは、アンダークラッド膜であって、例えば図3に示した熱酸化装置 10を用いてシリコン基板15の表裏両面を熱酸化法により酸化することによっ て石英ガラス化させ、アンダークラッド膜を形成することができる。

[0026]

ここで熱酸化装置10は、1000℃以上に加熱できるカンタルヒータ管状炉 13であって、石英もしくは炭化硅素等からなる炉心管18が配置され、その中 に石英もしくは炭化硅素製の試料台16を置き、シリコン基板15をセットする。炉心管18の一端にあるガス導入管11から開閉弁12を通って高純度の水蒸気等の酸化性ガスを導入し、熱電対からなる温度センサ14で炉心管18内の温度が例えば1100~1250℃になるようにヒータ17を昇温して行く。この温度に維持しながら酸化性ガスを導入することで、シリコン基板15の表面は、水蒸気等が分解して生じた活性酸素によって下記化学式

Si +  $O_2$   $\rightarrow$  Si $O_2$  のように酸化され、シリコン基板 15 の全表面に密度の高い純粋石英ガラス膜(アンダークラッド膜)が形成される。

[0027]

本発明ではこのアンダークラッド膜の形成に際し、熱酸化を二段階に分けて行うことを特徴としており、初段階は、一旦シリコン基板に 0.3 μ m以上の酸化膜を形成させ、次に後段階では 1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気にてシリコン基板を酸化させることにより残りの酸化膜を形成させて所定の厚みのアンダークラッド膜を得ている。

[0028]

次にコア層として、組成が例えば $SiO_2 - P_2O_5 - B_2O_3 - GeO_2$ の石英ガラスをFHD法で堆積し、高温処理して透明ガラス化する。このコア層の

堆積方法として、CVD法やスパッタ法等を用いても良い。

[0029]

次いで、チャンネル型の場合は、反応性イオンエッチング法等によりコア層の内不要な部分を除去して角棒状コアを形成する。その後、FHD法によりコアの上にアッパークラッド膜として組成が例えば $SiO_2-P_2O_5-B_2O_3$ の石英系ガラス膜を堆積し、高温処理して透明ガラス化することにより光導波路型デバイスを得る。

[0030]

以上述べた工程で作製した石英系光導波路型デバイスは、アンダークラッド膜の表面にパーティクルが殆ど存在せず、クラック、変形、反り等の欠陥もないので、その上にコア層、アッパークラッド膜を形成したデバイスにもパーティクルやクラック、変形、反り等の欠陥もなく高品質のものとすることができる。

[0031]

#### 【実施例】

以下、本発明の実施例と比較例を挙げて、本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### (実施例1)

初段階の熱酸化として、図3に示したような1200℃以上に加熱できるカンタルヒータ管状炉13の中に直径4インチ、厚み1mmのシリコン基板15を炭化けい素製の試料台16に等間隔にセットする。管状炉13であるカンタルヒータ(kanthal APM240φ)が外周に配置されている炭化けい素製の炉心管18に試料台16を挿入し、排気管20を有する炭化けい素製の蓋19で覆った。このときの炉心管18の材質は、石英ガラスでも構わない。また試料台16の材質は石英ガラスでもシリコンでも問題はない。

[0032]

純水を沸騰させることにより水蒸気が発生する石英容器(不図示)に繋がっているガス導入管11の経路途中に配置された開閉弁12を開き、1L/minの流量の水蒸気を炉心管18へ導入した。急激な温度変化で炉心管18が破損しないように3℃/minの緩やかな昇温速度で、炉心管18の内温が1000℃に

なるまで加熱した。水蒸気の導入を継続しながら、この温度で100分間維持した後、水蒸気の導入を停止し、炉心管 18883  $\mathbb{C}/min$  の降温速度で冷却した。充分冷却したところで、試料台 1689 き出すと、シリコン基板 1500 の表面に所望する厚さ  $0.32\mu$  mの石英膜が形成された。次いで石英膜の表面の清浄度を保つため、純水で表面を洗浄した。

[0033]

次に後段階の熱酸化として、上記と同じように、1200℃以上に加熱できる 管状炉13の中に洗浄したシリコン基板15を試料台16に等間隔にセットし、 これを炉心管18に挿入し、排気管20を有する蓋19で覆った。

次いで上記と同様に純水を沸騰させることにより水蒸気が発生する石英容器(不図示)に繋がっているガス導入管11の経路途中に配置された開閉弁12を開き、1L/minの流量の水蒸気を炉心管へ導入した。急激な温度変化で炉心管18が破損しないように3℃/minの緩やかな昇温速度で、炉心管18の内温が1200℃になるまで加熱した。水蒸気の導入を継続しながら、この温度で500分間維持した後、水蒸気の導入を停止し、炉心管18を3℃/minの降温速度で冷却した。充分冷却したところで、試料台16を引き出すと、シリコン基板15の表面に所望する厚さ5.1μmの石英膜が形成された光導波路基板を得た。この表面を、異物検査装置(日立電子エンジニアリング(株))により測定したところ、0.3μm以上のパーティクルは平均10個/cm²と非常に少なかった。

[0034]

(実施例2)

cm<sup>2</sup>となった。

実施例1と同じ装置を使用し、初段階の熱処理として900℃の温度で150分間熱酸化した以外は実施例1と同じ方法でシリコン基板15の表面に厚さ0.32μmの石英膜を形成した。次にこの基板を洗浄した後、基板を実施例1と同様の装置と方法で、1200℃の温度で2000分間維持して、シリコン基板15の表面に所望する厚さ5.1μmの石英膜が形成された光導波路基板を得た。この表面を、異物検査装置により測定したところ、パーティクルが350個/

[0035]

(比較例1)

実施例1と同じ装置を使用し、一度の処理で1100℃において2500分間 熱酸化した以外は実施例1と同じ方法でシリコン基板15の表面に厚さ5μmの 石英膜を形成した。

この表面を、異物検査装置により測定したところ、パーティクルが1000個 / c m<sup>2</sup> と基板全面に非常に多く存在し、膜が少し変色していた。

[0036]

(比較例2)

実施例1と同じ装置を使用し、初段階の熱処理として、1000℃の温度で50分間熱酸化した以外は実施例1と同じ方法でシリコン基板15の表面に厚さ0.22μmの石英膜を形成した。次にこの基板を洗浄した後、基板を実施例1と同様の装置と方法で、1200℃の温度で2000分間維持して、シリコン基板15の表面に所望する厚さ5.0μmの石英膜が形成された光導波路基板を得た

この表面を、異物検査装置により測定したところ、パーティクルが750個/cm<sup>2</sup>と基板全面に非常に多く存在し、膜が少し変色していた。

[0037]

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

[0038]

【発明の効果】

少なくともシリコン基板を酸化して膜厚が 5 μ m以上の光導波路となる石英膜を基板表面に形成させる工程を有する光導波路基板を製造する方法において、前記酸化膜の形成は、一旦前記シリコン基板に 0.3 μ m以上の酸化膜を形成させ、次に 1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気にてシリコン基板を酸化させることにより残りの酸化膜を形成することで、クラック、変形、反り等の欠陥がない

とともにパーティクルの極めて少ない高品質な光導波路基板を製造することが可能になる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明の光導波路基板の製造方法により形成された光導波路の例を示す断面図である。

(a) スラブ型、 (b) チャンネル型。

#### 【図2】

従来の光導波路の製造方法により形成された光導波路の例を示す断面図である

(a)スラブ型、 (b)チャンネル型。

#### 【図3】

光導波路基板の製造方法で用いられる熱酸化装置の一例を示す説明図である。

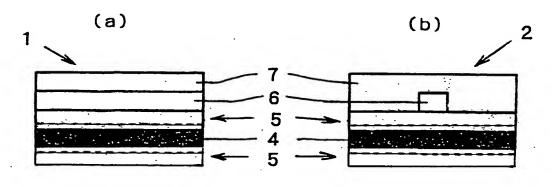
#### 【図4】

光導波路基板の製造方法で用いられる火炎堆積装置の一例を示す説明図である

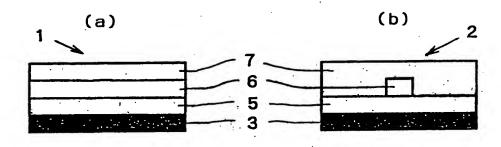
#### 【符号の説明】

- 1 …スラブ型導波路、 2 …チャンネル型導波路、 3 …基板、
- 4…シリコン基板、 5…アンダークラッド膜、 6…コア層、
- 7…アッパークラッド膜、
- 10…熱酸化装置、 11…ガス導入管、 12…開閉弁、 13…管状炉、
- 14…温度センサ、 15…シリコン基板、 16…試料台、
- 17…ヒータ、 18…炉心管、 19…蓋、 20…排気管、
- 21…火炎堆積装置、 22…酸水素バーナ、 23…排気管、
- 24 …ターンテーブル、 25 …基板。

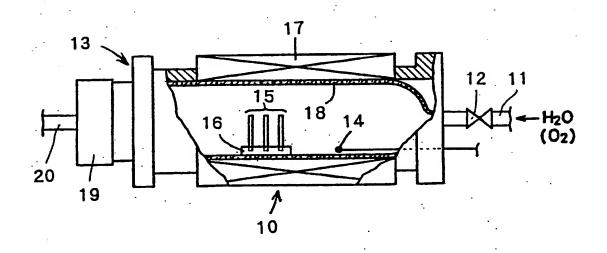
【書類名】図面【図1】



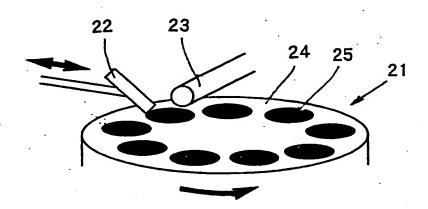
【図2】



【図3】



【図4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 シリコン基板の表面を比較的厚く酸化して基板表面に光導波路となる 石英膜を形成させる際に、シリコン原子が乖離酸化して生成するパーティクルが 石英膜上に極めて少ない高品質な光導波路基板を製造する方法を提供する。

【解決手段】 少なくともシリコン基板を酸化して膜厚が5μm以上の光導波路となる石英膜を基板表面に形成させる工程を有する光導波路基板を製造する方法において、前記酸化膜の形成は、一旦前記シリコン基板に0.3μm以上の酸化膜を形成させ、次に1000℃以上に加熱した酸化性雰囲気にてシリコン基板を酸化させることにより残りの酸化膜を形成することを特徴とする光導波路基板の製造方法。

【選択図】 なし

## 出願人履歷情報

識別番号

[000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日 [変更理由] 新規登録

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社